

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-107163

(43)Date of publication of application : 08.04.2004

(51)Int.Cl.

C30B 29/06

C03B 20/00

C30B 15/10

(21)Application number : 2002-274698

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(22)Date of filing : 20.09.2002

(72)Inventor : KIKUCHI TOSHIYUKI

ITO KIYOMI

YAMAGUCHI HIROYUKI

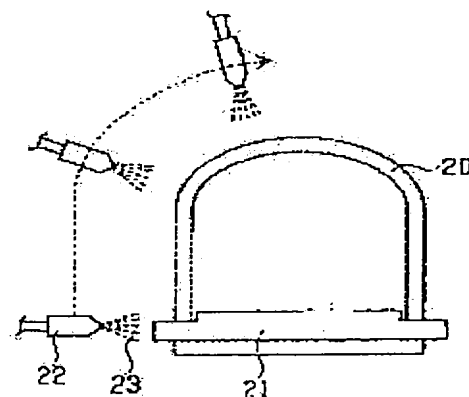
ODA NAGAHISA

(54) QUARTZ CRUCIBLE AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a quartz crucible with which a silicon single crystal can be stably pulled, and the DF ratio can be enhanced.

SOLUTION: In the bowl-shaped quartz crucible having an opening part at its one end, and below the opening part, a straight diameter part, a small radiused part and a bottom part, no unmelted raw material powder exists substantially, further the center line average roughness Ra is 6–14 μm , and the maximum height Ry is 40–70 μm on the outer peripheral wall surface in the length area corresponding to at least 25% of total height from the bottom face to the end face of the opening part. The bowl-shaped quartz crucible is manufactured by melting the inner wall surface formed from a raw material powder arranged in a bowl shape in a mold, and then blowing an aqueous dispersion containing dispersed abrasive particles onto the outer surface of the obtained quartz crucible to remove the unmelted raw material powder on the the outer surface of the crucible.



(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-107163

(P2004-107163A)

(43) 公開日 平成16年4月8日(2004.4.8)

(51) Int.Cl.⁷

C30B 29/06

C03B 20/00

C30B 15/10

F I

C30B 29/06

C03B 20/00

C30B 15/10

502B

H

テーマコード(参考)

4G014

4G077

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-274698 (P2002-274698)

(22) 出願日 平成14年9月20日(2002.9.20)

(71) 出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社

東京都新宿区西新宿七丁目5番25号

(74) 代理人 100088487

弁理士 松山 允之

(74) 復代理人 100108062

弁理士 日向寺 雅彦

(72) 発明者 菊池 俊之

山形県西置賜郡小国町大字小国町378番

地 東芝セラミックス株式会社小国事業所

内

(72) 発明者 伊藤 清美

山形県西置賜郡小国町大字小国町378番

地 東芝セラミックス株式会社小国事業所

内

最終頁に続く

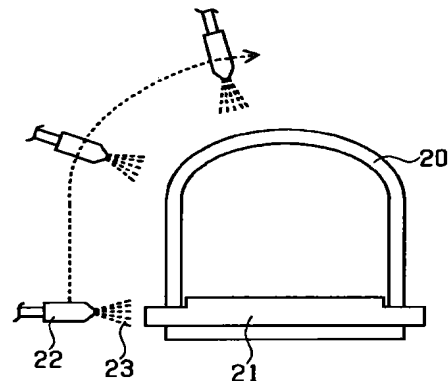
(54) 【発明の名称】 石英ルツボとその製造方法

(57) 【要約】

【課題】本発明は、安定してシリコン単結晶引上げを行うことができ、D F 率を向上させることができる石英ルツボを提供することを目的とする。

【解決手段】一端に開口部を有しこの開口部から下方にストレート部、小R部及び底部を有する碗状石英ルツボにおいて、開口部端面から、底面から開口部端面までの全体高さの少なくとも25%の長さ領域の外周壁面において、未熔融原料粉が実質的に存在せず、かつ表面粗さが中心線平均粗さRaで6~14 μ m、最大高さRyで40~70 μ mである石英ルツボである。この石英ルツボは、型中に碗状に配置した原料粉で形成されている内壁面を溶融した後、得られた石英ルツボ外表面に研磨剤粒子を分散した研磨剤水性分散液を吹き付け、ルツボ外表面の未熔融原料粉を除去することによって製造される。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一端に開口部を有しこの開口部から下方にストレート部、小 R 部及び底部を有する碗状石英ルツボにおいて、開口部端面から、底面から開口部端面までの全体高さの少なくとも 25% の長さ領域の外周壁面が、未溶融原料粉が実質的に存在せず、かつ表面粗さが中心線平均粗さ R_a で $6 \sim 14 \mu m$ 、最大高さ R_y で $40 \sim 70 \mu m$ であることを特徴とする石英ルツボ。

【請求項 2】

前記未溶融原料粉の単位面積当たりの存在数が、 $1 \text{個}/\text{cm}^2$ 以下であることを特徴とする石英ルツボ。

10

【請求項 3】

Si 単結晶引上げ用石英ルツボの製造方法において、ルツボ成形用型中に碗状に配置した原料粉の内壁面から溶融した後、得られた石英ルツボ外表面に研磨剤粒子を分散した研磨剤水性分散液を吹き付け、ルツボ外表面の未溶融原料粉を除去することを特徴とする石英ルツボの製造方法。

【請求項 4】

前記研磨剤が SiO_2 粒子であり、これを分散した研磨剤水性分散液において、 SiO_2 粒子の濃度が $1 \sim 30$ 容積%であることを特徴とする請求項 3 記載の石英ルツボの製造方法。

【発明の詳細な説明】

20

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、Si 単結晶引上げに使用される石英ルツボおよびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

Si 単結晶引き上げ用石英ルツボは、水晶などの原料粉を型にほぼ均一な厚さの碗状になるように入れ、内部をアーク放電などの熱源によって加熱して、原料粉を溶融して成形した後、外表面に残存している未溶融原料粉を研削装置などを用いて除去して製造される。この石英ルツボの壁内表面は透明で、壁外表面は残存する未溶融原料粉や、溶融した石英中に混入している気泡などによって半透明となっている。

30

【0003】

この石英ルツボは、その内部に、ポリシリコン塊を入れ、カーボンなどの外部ヒータの熱源でシリコンを溶融し、これにシリコン単結晶の種を浸漬した後、引上げ、シリコン単結晶を製造するのに使用されている。

ところで、このシリコン単結晶引上げに際しては、溶融シリコンに異物が混入したり、溶融シリコン湯面が振動したりすると、成長している単結晶の結晶構造が乱れ、多結晶化してしまい、シリコン単結晶の製造歩留まりが低下してしまう。

【0004】

この問題を解決する手段として、ルツボ上縁部付近の外側面をファイヤポリッシュまた研削により透明性を向上させ、これによって単結晶引上げ工程中に排出される一酸化珪素蒸気凝固物が湯面に落下して発生する単結晶引上げ阻害を防止する方法（特許文献 1 参照）や、石英ルツボの外表面全面の中心線平均粗さを特定範囲に制御してシリコン単結晶引上げ時に石英ルツボが振動して発生する単結晶引上げ阻害を防止する方法（特許文献 2 参照）や、石英ルツボの外表面の面荒さを特定範囲に制御して、溶融シリコン湯面に生じる振動を阻止し、単結晶引上げ阻害を防止する方法（特許文献 3 参照）などの方法が知られている。これらの方法は、いずれもシリコン単結晶引上げ時に発生する異物や振動を抑え、単結晶引上げの歩留まりを改善するものである。

40

【0005】

ところで、Si 単結晶引上げ用石英ルツボは、前述したように、原料粉を溶融後、碗状石

50

英ルツボの外表面に高圧水を吹き付けて外表面の未溶融原料粉を除去して製造されていた。

【0006】

しかしながら、上記、未溶融原料粉の除去が不十分であると、後工程におけるハンドリングや梱包後輸送時などに外表面に残留していた未溶融原料粉が石英ルツボ内に入り込んでしまう。そして、Si単結晶引上げ工程において、この混入した原料粉は、メルトバックの増加によるリードタイムの悪化を引き起こし、さらにSi単結晶引上げ歩留（DF率）を低下させる原因となっていた。

ところで、上記従来技術においては、石英ルツボを単結晶引上げ工程に適用する以前の取り扱いについて、何ら考慮されておらず、この過程で石英ルツボ内部に侵入する異物に対しては、全く配慮されていなかった。その結果、上記リードタイムの悪化あるいはDF率の低下の問題が常に存在していた。

【0007】

【特許文献1】

実公昭4-41186号公報

【特許文献2】

特開平7-53295号公報

【特許文献3】

特開2000-219593号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、石英ルツボにおける上記問題点を解決するためになされたものであり、安定してシリコン単結晶引上げを行うことができ、DF率を向上させることができる石英ルツボを提供することを目的とするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】

第1の本発明は、一端に開口部を有しこの開口部から下方にストレート部、小R部及び底部を有する碗状石英ルツボにおいて、開口部端面から、底面から開口部端面までの全体高さの少なくとも25%の長さ領域の外周壁面が、未溶融原料粉が実質的に存在せず、かつ表面粗さが中心線平均粗さRaで6～14 μ m、最大高さRyで40～70 μ mであることを特徴とする石英ルツボである。

【0010】

前記第1の本発明において、前記未溶融原料粉の単位面積当たりの存在数が、1個/cm²以下であることが特に好ましい。

【0011】

また、第2の本発明は、Si単結晶引上げ用石英ルツボの製造方法において、ルツボ成形用型中に碗状に配置した原料粉の内壁面から溶融した後、得られた石英ルツボ外表面に研磨剤粒子を分散した研磨剤水性分散液を吹き付け、ルツボ外表面の未溶融原料粉を除去することを特徴とする石英ルツボの製造方法である。

【0012】

前記第2の本発明において、前記研磨剤がSiO₂粒子であり、このSiO₂粒子を分散した研磨剤水性分散液において、SiO₂粒子の濃度が10～30容積%であることが好ましい。

【0013】

上記本発明は以下の知見に基づきなされたものである。

すなわち、単結晶引上げ前のルツボ内への未溶融原料粉の混入は、石英ルツボの梱包開封時、あるいはCZ装置への石英ルツボセッティング時に生じることが多く、特に石英ルツボの開口部端面から、底面から開口部端面までの全体高さの少なくとも25%の長さ領域の外周壁面に実質的に未溶融原料粉が残存していると、この未溶融原料粉が石英ルツボ内部に侵入し悪影響を及ぼすことが多い。従って、上記範囲の石英ルツボ外表面の表面状態

10

20

30

40

50

を制御する必要がある。

このために、開口部端面から、底面から開口部端面までの全体高さの少なくとも25%の長さ領域の外周壁面において、未熔融原料粉が実質的に存在しない状態とすることが必要であることが判明した。また、実質的に未熔融原料粉が存在しない領域は、石英ルツボ外周壁面全体とすることが好ましい。

【0014】

また、本発明においては、前記領域において、算術平均による表面粗さが中心線平均粗さ R_a で $6 \sim 14 \mu m$ の範囲とすることが必要である。

前記 R_a が、 $6 \mu m$ 未満である場合には、光透過性が高くなりすぎ、 Si 融液及び液面上方空間の均熱性を阻害してしまい安定した引き上げが困難となる。特に、石英ルツボ開口部はカーボンルツボから突き出て配置される為、同部での影響は大である。また、特に、石英ルツボ全体をこの数値未満とした場合には、 CZ 装置への装着時のハンドリング性が悪化し、破損等の弊害が生じ易い。

一方、前記 R_a が、 $14 \mu m$ を超える場合には、たとえ、外周研磨によって未熔融原料粉が実質的に存在しない状態になったとしても、この数値を超えると、研磨工程以降の製造工程時、梱包時あるいは CZ 装置への装着時において、ルツボ本体からの原料粉が発生・混入し、未熔融原料粉混入の場合と同様な問題が生じる。

従って、算術平均粗さ R_a が上記範囲にあることが必要であることが判明した。

【0015】

さらに、本発明においては、表面粗さが最大高さ R_y で $40 \sim 70 \mu m$ の範囲にあることが必要である。

前記 R_y が、 $40 \mu m$ 未満であると、光透過性が高くなりすぎ、 Si 融液及び液面上方空間の均熱性を阻害してしまい安定した引き上げが困難となる。また、この数値未満となる程度の研磨を行なうことは、相当の研磨工程管理が必要となり、作業時間の長期化、コストの増大を招き、工業上好ましくない。

一方、前記 R_y が、 $70 \mu m$ を超えると、たとえ、外周研磨によって未熔融原料粉が実質的に存在しない状態になったとしても、この数値を超えると、研磨工程以降の製造工程時、梱包時あるいは CZ 装置への装着時において、ルツボ本体からの原料粉が発生・混入し、未熔融原料粉混入の場合と同様な問題が生じる。特に、前記 R_y が数値範囲を超えると、比較的大きな凹部が存在することとなり、結果、研磨工程において未熔融原料粉が該凹部に残存し易くなる。

【0016】

上記本発明において採用している表面粗さの中心線平均粗さおよび最大高さの測定方法については、 $JIS B 0601-1994$ の規定に明示されている方法である。

【0017】

【発明の実施の形態】

〔石英ルツボ〕

以下、本発明の石英ルツボについて説明する。図1が石英ルツボの断面図である。図1中、1が石英ルツボの開口部端面であり、この開口部端面1から下方にストレート部2が延在している。そして、ストレート部2から小R部3を経て、底部4に至る構造をしている。本発明の底部から開口部端面までの高さは、図1において h で表される高さである。

【0018】

〔製造方法の実施の形態〕

以下、本発明の石英ルツボの製造方法に関する実施の形態について説明する。常法に従って作製した外表面に未熔融原料粉が付着している石英ルツボの外表面に、 SiO_2 粉末のような研磨剤を分散した水性分散液を圧送して吹き付け、未熔融原料粉を除去する。これにより、極めて平滑で、かつ、残存未熔融粉が実質的に皆無である石英ルツボが得られる。この研磨剤としては、従来水性媒体に分散させて使用される公知の研磨剤を使用することができるが、前記石英ルツボを得るため、およびシリコン単結晶引上げにおいて不純物となる元素を含まないことなどから、 SiO_2 粒子が最も好ましい。

10

20

30

40

50

【0019】

図2に本発明の製造方法を採用した製造過程の概略図を示す。石英ルツボ20は、開口部端面を下向きに回転支持台21上に載置する。この回転支持台21は、図示しない駆動装置により、10～30rpm程度の早さで回転するようになっている。

また、石英ルツボの外表面に沿って移動可能な噴射ノズル22を配置し、この噴射ノズルから、SiO₂粉末のような研磨剤を分散した水性分散液23を石英ルツボ外表面に角度を設定し噴射できるようになっている。

この装置において、噴射ノズル22を回転方向に移動させるのではなく、石英ルツボ20を回転させることにより、より簡単な装置で、石英ルツボ外表面に対して均一に研磨剤水溶液を噴射させることが可能となる。また、被加工物である石英ルツボの外形形状にあわせて、噴射ノズル22を移動させて石英ガラス外表面に、SiO₂粉末を分散した水性分散液を噴射させることによって、石英ルツボの外表面全面に対して均一に水性分散液を吹き付けることができる。水性分散液の噴射は、水性分散液を収容している容器に、空気を圧入し、この空気圧で噴射しても良いし、水性分散液をポンプにより加圧して、噴射しても良い。

【0020】

本発明において、水性分散液を噴射する圧力は、使用する水性分散液のSiO₂粉末濃度に依存し、濃度が低い場合には高圧で、一方濃度が高い場合には低圧で外表面研削処理できるが、0.1～10MPa程度の範囲で設定することができる。また、噴射する水性分散液の水量としては、水量が多ければ短時間で研削処理が完了し、一方水量が少なければ、研削処理に長時間を要するが、通常、同一箇所を1～20秒程度で研削処理することができる。

【0021】

本発明において用いるSiO₂粉末を分散した水性分散液は、粒径の範囲が#50～#200のSiO₂粉末を、10～30容積%の範囲で水に分散させた分散液を用いることができる。このSiO₂粉末の平均粒径範囲が、上記範囲を下回った場合、十分な研削効果が発揮されない。一方、平均粒径範囲が上記範囲を上回った場合には、研削した石英ルツボ外表面が却って面あれを起こし、平滑な外表面を得ることが困難であるばかりでなく、水性分散液の安定性が悪く、SiO₂粉末が水中で沈降してしまい、実用に供し得ない。

また、SiO₂粉末の配合の比率が上記範囲を下回った場合も、研削効果が発揮されない。一方、SiO₂粉末の配合の比率が上記範囲を上回った場合には、水性分散液の噴射に多大なエネルギーを要するため、設備が大がかりとなる。

本発明で使用する水性分散液としては、単にSiO₂粉末を水に分散したものであっても良いが、PVAのような増粘剤を溶解した水を用いても良い。この場合には、水分散液の安定性が改善され、作業性が向上する。

【0022】

【実施例】

8インチウェハ引き上げ用石英ルツボを製造するための成形用型内に天然水晶からなる原料粉を充填し、アーク溶融によって前記原料ガラス粉を溶融して、石英ルツボを成形した。

水に各種濃度となるようにSiO₂粉末（粒径#50～#200）を分散して研磨剤水性分散液を作製し、0.5MPaの圧力、7l/minの流量で水性分散液を、石英ルツボ壁面から20cmの距離から噴霧した。この噴霧は、計10分間かけて行った。

本実施例によって得られた石英ルツボの外表面のSEM写真を、図3に示す。この石英ルツボは、SiO₂粉末の濃度が、20体積%の研磨剤水性分散液を用いた場合のものである。一方、従来法であるグラインダーによる外面研削によって製造した石英ルツボの外表面SEM写真を図4に示す。従来技術により製造されていた石英ルツボの外表面には未溶融石英粉が残留する場合があったが、本発明により製造された石英ルツボは外表面に未溶融原料粉が残留せず、平滑な面となっていることが分かる。更に、安定した面状態が得られることから、赤外線透過率も極めて安定する効果を得ることができた。

【0023】

上記実施例の結果、得られた研磨剤水性分散液濃度と石英ルツボ外表面の表面粗さの関係を図5に示す。SiO₂粒子(#50～#200)を体積換算濃度で10～30%の水分散液を0.5Mpaの圧力でルツボ外面に対して吹き付けることにより、表面粗さが従来品より平滑となり(Ra:8～12μm、Ry:50～60μm、未溶融原料粉の単位面積あたりの存在数が、20点の測定でいずれも0個/cm²)、効果的に外表面の未溶融原料粉を完全に除去出来ることが判明した。

【0024】

また、上記実施例およびグライNDERを用いて外表面を研削加工した従来例(Ra:60～70μm、Ry:400～500μm、未溶融原料粉の単位体積あたりの存在数が、20点の測定でいずれも1個/cm²を超え、これらの平均値は16個/cm²)のルツボを用いて、シリコン単結晶引上げ試験を行った。

その結果を、表1に示す。表から明らかなように、本発明の石英ルツボを用いた場合には、シリコン単結晶引上げの歩留まりが、従来法より改善されているばかりではなく、単結晶引上げに失敗し、シリコンを再溶融する、いわゆるメルトバック頻度が大幅に向上することが明かとなった。

【0025】

【表1】

	歩留まり (%)	メルトバック頻度*
従来品	98	1
本発明品	99	0.85

* 従来品の頻度を1とした。

【0026】

【発明の効果】

本発明による石英ルツボをSi単結晶引上げに使用すると、安定的に未溶融原料粉を完全に除去が可能となるため、メルトバックの低減およびSi単結晶引上げの歩留向上に寄与出来ることが判明した。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の石英ルツボの断面図である。

【図2】本発明における石英ルツボの製造工程の一部を示す概略図である。

【図3】本発明で得られた石英ルツボの外観を示すSEM写真である。

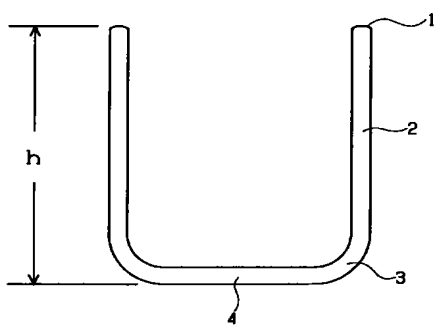
【図4】従来法によって得られた石英ルツボの外観を示すSEM写真である。

【図5】本発明の実施例の効果を示すグラフである。

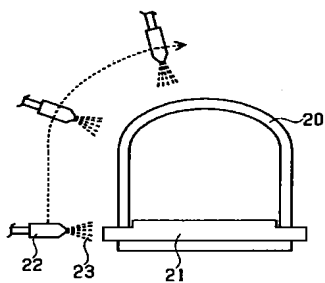
【符号の説明】

- 1 … 石英ルツボ開口部端面
- 2 … 石英ルツボストレート部
- 3 … 石英ルツボ小R部
- 4 … 石英ルツボ底部
- 20 … 石英ルツボ
- 21 … 回転支持台
- 22 … 噴射ノズル
- 23 … 研磨剤水性分散液

【図 1】



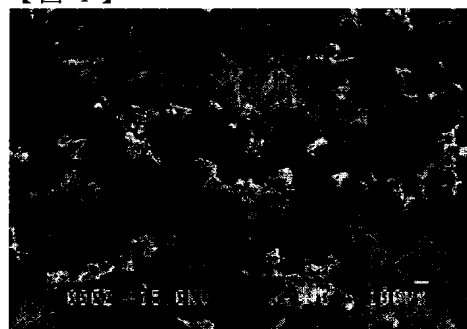
【図 2】



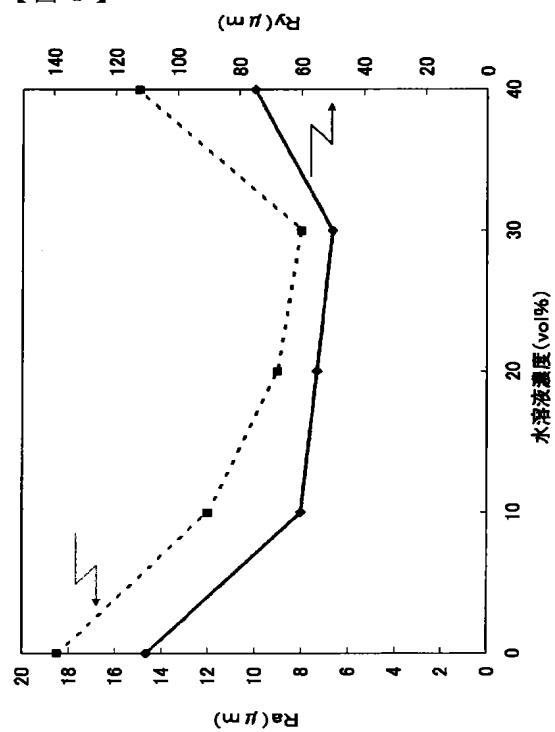
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

(72)発明者 山口 博幸

山形県西置賜郡小国町大字小国町 3 7 8 番地 東芝セラミックス株式会社小国事業所内

(72)発明者 小田 修央

山形県西置賜郡小国町大字小国町 3 7 8 番地 東芝セラミックス株式会社小国事業所内

Fターム(参考) 4G014 AH08

4G077 AA02 BA04 CF10 EG02 HA12 PD01